

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **03-126673**

(43)Date of publication of application : **29.05.1991**

(51)Int.CI.

C04B 35/58

(21)Application number : **01-265776** (71)Applicant : **FUJITSU LTD**

(22)Date of filing : **12.10.1989** (72)Inventor : **MAKIHARA HIROSHI  
UDAGAWA ETSURO**

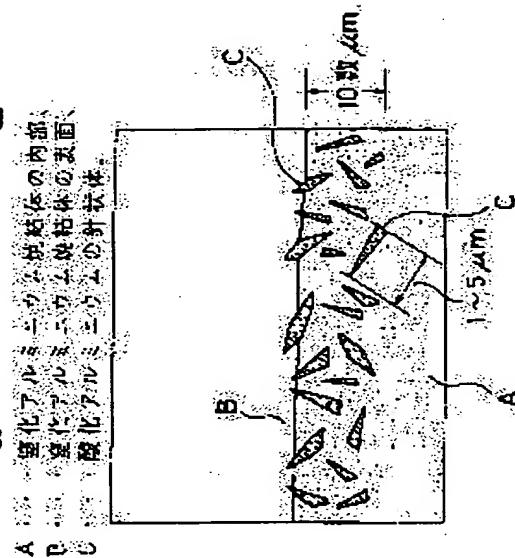
## (54) PRODUCTION OF SINTERED ALUMINUM NITRIDE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain sintered AlN capable of being easily metallized and having high heat conductivity with a small number of production stages by calcining a formed AlN in an aluminum vessel filled with an N<sub>2</sub> atmosphere.

**CONSTITUTION:** A formed AlN is placed in an aluminum vessel and calcined in an N<sub>2</sub> atmosphere. As a result, the sintered AlN is obtained, and simultaneously the O<sub>2</sub> generated by the partial decomposition of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> constituting the vessel reacts with the Al in the formed AlN to form an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film on the surface of the sintered AlN. The cross section of the surface part of the film is shown in the copy of the microphotograph, and the film is formed to a depth of ten-odd „m from the surface.

Accordingly, when the surface of the sintered AlN is polished, a part of the accicular Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is released from the surface of the sintered AlN and an open cell is formed on the surface. Consequently, the wettability of a metal with the sintered AlN is improved by the formation of oxide film.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 平3-126673

⑬ Int. Cl. 9 識別記号 104 U 施内整理番号 7412-4G ⑭ 公開 平成3年(1991)5月29日  
 C 04 B 35/58

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム焼結体の製造方法  
 ⑯ 特許番号 平1-265776  
 ⑰ 出願日 平1(1989)10月12日  
 ⑱ 発明者 牧原 宏 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
 内  
 ⑲ 発明者 宇田川 悅郎 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
 内  
 ⑳ 出願人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地  
 ㉑ 代理人 弁理士 寒川 誠一

## 明細書

## 1. 発明の名称

窒化アルミニウム焼結体の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

[1] 窒化アルミニウム成形体を、窒素雰囲気が充溡するアルミナ容器中において焼成してなすことを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

[2] 前記焼成の際に、熱源として、非炭素系電気炉を使用することを特徴とする請求項1記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## (摘要)

メタライズが容易にでき、しかも、熱伝導率の高い窒化アルミニウム焼結体を製造する方法に関し、

容易にメタライズができ、しかも高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体を、少ない製造工程数をもって製造する方法を提供することを目的とし、

窒化アルミニウム成形体を、窒素雰囲気が充溡するアルミナ容器中において焼成してなす窒化アルミニウム焼結体の製造方法をもって構成する。

## 【産業上の利用分野】

本発明は、メタライズが容易にでき、しかも、熱伝導率の高い窒化アルミニウム焼結体を製造する方法に関する。

## (従来の技術)

窒化アルミニウム焼結体は、機械的強度が高く、熱伝導性が優れているため、大出力半導体レーザ、超音波パワーフレーム等のヒートシンク用に利用する用途が考えられる。しかし、窒化アルミニウム焼結体と金属との潤滑性が良くないため、窒化アルミニウム焼結体にメタライズすることが難しいので、窒化アルミニウム焼結体をヒートシンクに利用することは困難であった。窒化アルミニウム焼結体と金属とを接合させるためには、金属が窒化アルミニウム焼結体上で球形にならずに、潤

れて広がることが必要である。それには、窒化アルミニウム焼結体と金属との固相-液相界面エネルギーを低くする必要がある。

窒化アルミニウム焼結体と金属との固相-液相界面エネルギーを低くして潤滑性を良好にし、メタライズし易くする手段として、窒化アルミニウム焼結体表面を酸化させてからメタライズする方法（特開昭50-75208、特開昭59-40404）と、窒化アルミニウム焼結体とメタライズする金属との間に金属酸化物を介在させてメタライズする方法（特開昭53-102310）とが知られている。

#### 〔発明が解決しようとする課題〕

窒化アルミニウム焼結体の表面を酸化させてからメタライズする方法は、窒化アルミニウム成形体を窒素雰囲気中において焼成して窒化アルミニウム焼結体を製造する通常の焼成工程の外に、大気中において加熱して酸化膜を形成する焼成工程がもう一回必要になるという欠点がある。また、窒化アルミニウム焼結体表面に金属酸化物を介在

3

#### 〔作用〕

本発明に係る窒化アルミニウム焼結体の製造方法においては、窒化アルミニウム成形体をアルミナ容器中に収容し、窒素雰囲気中において焼成することによって、窒化アルミニウム焼結体が製造されると同時に、アルミナ容器を構成するアルミナの一部が分解して発生した酸素と窒化アルミニウム成形体のアルミニウムとが反応して、窒化アルミニウム焼結体の表面に酸化アルミニウム（ $Al_2O_3$ ）よりなる酸化膜が形成される。この酸化膜は、第1図に、その表面部分の断面の顕微鏡写真的模写図を示すように、窒化アルミニウム焼結体の表面から10微メートルの深さに針状に生成されているので、酸化膜の形成された窒化アルミニウム焼結体の表面を研磨すると、この針状の酸化アルミニウム（ $Al_2O_3$ ）の一部が窒化アルミニウム焼結体の表面から剝離して、表面に開気孔が形成される。そのため、酸化膜の形成によって金属と窒化アルミニウム焼結体との潤滑性が向上するという効果が得られる以外に、開気孔によ

させてメタライズする方法は、窒化アルミニウム焼結体自身が非酸化物であるために、金属酸化物が固れ難く、十分な接合がなされないという欠点がある外、介在させる金属酸化物の種類によっては、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を低下させるという欠点がある。

本発明の目的は、この欠点を解消することにあり、容易にメタライズができ、しかも高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体を、少ない製造工程をもって製造する方法を提供することにある。

#### 〔課題を解決するための手段〕

上記の目的は、窒化アルミニウム成形体を、窒素雰囲気が充溡するアルミナ容器中において焼成してなす窒化アルミニウム焼結体の製造方法によって達成される。

上記の焼成工程に、熱源として、非炭素系電気炉を使用すると効果が顕著である。

4

るアンカー作用も加わって、窒化アルミニウム焼結体にメタライズした時の、金属と窒化アルミニウム焼結体との接合強度が強くなる。

なお、メタライズするときに、窒化アルミニウム焼結体と金属との間に、金属酸化物を介在させる必要がないので、熱伝導率の低下は発生しない。

また、焼成に使用する電気炉に非カーボン電気炉を使用し、発熱体及び炉の構造材にカーボンを使用しなければ、アルミナ容器を構成するアルミナが還元されて焼耗することはない。

なお、第1図において、Aは窒化アルミニウム焼結体の内部であり、Bは、その表面である。Cが本発明の要旨に係る酸化アルミニウムの針状体であり、その長さは1～5μであり、表面Bから10微メートルの深さの範囲に発生する。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の二つの実施例に係る窒化アルミニウム焼結体の製造方法について説明する。

5

—474—

6

## 第1例

焼結助剤として炭酸カルシウム (CaCO<sub>3</sub>) を3.0重量%添加した窒化アルミニウム粉末に、エタノールで溶解された分散剤と有機バインダ可塑剤とを加えて24時間混練し、これをドクターブレード法を使用して成形して、厚さ250μの窒化アルミニウムグリーンシートを作成する。

この窒化アルミニウムグリーンシートを60度角に切断し、その10枚を重ね合わせて50℃に加熱し、圧力50MPaを加えて積層する。この積層体を窒素雰囲気中において600℃の温度に9時間加熱して脱脂する。

以上の結果得られた窒化アルミニウム成形体をアルミナ容器に収容して電気炉内に装入し、電気炉内空気を窒素ガスをもって置換した後、600℃/hの速度をもって1,700℃の温度まで昇温し、この温度に6時間保持して焼成をなし、窒化アルミニウム焼結体を製造する。なお、使用する電気炉としては、非炭素系電気炉、すなわち加熱体や炉の構造体に炭素を使用しない電気炉が好ましい。

7

アルゴン雰囲気中において実施する。

比較例(2)、アルミナ容器を使用する代わりに、マグネシア容器を使用する。

比較例(3)、非炭素系の電気炉を使用する代わりに、炭素系電気炉を使用する。

比較例(4)、焼結助剤の炭酸カルシウム (CaCO<sub>3</sub>) にタンクステン(W)を3.0重量%添加する。

第1表

	熱伝導率 (W/mK)	ピール強度 (kg/mm <sup>2</sup> )
第1の実施例	195	4.5
比較例(1)	90	2.5
比較例(2)	105	1.4
比較例(3)	190	2.0
比較例(4)	55	3.3

## 第2例

焼結助剤として酸化イットリウム (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

炭素系電気炉を使用するとAlとNが焼結する前に焼結助剤が炭素により還元され、AlとNが焼結しない。

上記の工程をもって製造された窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率とピール強度とを測定した結果を第1表に示す。なお、熱伝導率は二次元平面レーザフラッシュ法を使用して測定したものであり、また、ピール強度は、窒化アルミニウム焼結体の表面に耐ペーストを面積2×2mm、厚さ30μに塗布し、窒素雰囲気中において800℃に加熱し焼成した後、その上にワイヤーをはんだでボンディングし、このワイヤーを垂直方向に0.5mm/secの速度で引っ張った時に、ワイヤーが窒化アルミニウム焼結体から剥離する時の引っ張り強度をもって表す。

なお、比較のために、下記の四つの比較例に示す工程(実施例と相違する工程のみを記載)をもって製造された窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率とピール強度とを第1表に併せて示す。

比較例(1)、焼成を窒素雰囲気中ではなく、

8

を5重量%添加した窒化アルミニウム粉末を使用して、第1例と同一の工程をもって窒化アルミニウム焼結体を製造する。このときの窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率とピール強度とを第2表に示す。なお、比較のために第1例の場合と同様に、前記四つの比較例に示す工程をもって製造された窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率とピール強度とを第2表に併せて示す。

第2表

	熱伝導率 (W/mK)	ピール強度 (kg/mm <sup>2</sup> )
第2の実施例	205	4.0
比較例(1)	130	2.0
比較例(2)	100	1.0
比較例(3)	210	1.5
比較例(4)	60	3.0

## 【発明の効果】

以上説明せるとおり、本発明に係る窒化アルミ

ニウム焼結体の製造方法においては、窒化アルミニウム成形体をアルミニナ容器に収容し、窒素雰囲気中において焼成することによって、窒化アルミニウム焼結体を製造するのと同時に、窒化アルミニウム焼結体表面に、メタライズを容易にする酸化アルミニウム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) よりなる酸化膜が形成されるため、メタライズのための酸化膜形成工程を省略することができ、製造コストの削減が可能になる。また、窒化アルミニウム焼結体の表面に形成された酸化膜は、針状の酸化アルミニウム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) よりなるため、この表面を研磨すると、この針状の酸化アルミニウム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) の一部が剥離して開気孔が形成されるので、この開気孔のアンカー作用によって、窒化アルミニウム焼結体にメタライズする時の金属の密着強度を一層高くすることができる。さらに、メタライズする時に、メタライズ金属と窒化アルミニウム焼結体との間に金属酸化物を介在させる必要がないので、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率の低下が防止され、高い熱伝導率がえられる。

1.1

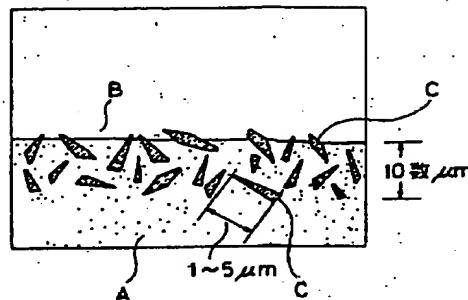
1.2

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の要旨に係る、窒化アルミニウム焼結体の表面に発生する酸化アルミニウムの針状体の発生形状を示す図であり、窒化アルミニウム焼結体の表面付近の断面の顕微鏡写真の模写図である。

A … 窒化アルミニウム焼結体の内部、  
B … 窒化アルミニウム焼結体の表面、  
C … 酸化アルミニウムの針状体。

代理人弁理士 寒川誠一



## 本発明

## 第1図